



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

O 013 556
A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 80100020.9

(51) Int. Cl.³: **C 08 J 5/18**

(22) Anmeldetag: 04.01.80

(30) Priorität: 05.01.79 US 1328
31.01.79 US 8012

(71) Anmelder: AMERICAN HOECHST CORPORATION
Route 202-206 North
Somerville, N.J. 08876(US)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
23.07.80 Patentblatt 80/15

(72) Erfinder: Heberger, John E.
Sunrise Drive, Route 8, Greer
Greenville South Carolina(US)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE FR GB IT LU NL SE

(74) Vertreter: Euler, Kurt Emil, Dr. et al,
KALLE Niederlassung der Hoechst AG Rheingaustrasse
190 Postfach 3540
D-6200 Wiesbaden 1(DE)

(54) Antistatisch beschichtete, biaxial gestreckte Polyesterfolie und Verfahren zur Herstellung derselben.

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft eine antistatisch beschichtete, biaxial gestreckte Polyesterfolie sowie ein Verfahren zur Herstellung derselben.

Es wird eine Schicht aus einer wäßrigen Dispersion aufgebracht, die

- a) 2,75 bis 3,20 Gewichtsprozent Stearamido-Propyl-Dimethyl-β-Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat und
- b) 0,75 bis 1,25 Gewichtsprozent vernetzbares Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methylacrylamid-Terpolymer mit einer Glasübergangstemperatur von 40 bis 50°C enthält, wobei die Verhältnisse von a : b zwischen 2,75 : 1 und 3,20 : 1 liegen.

Die Polyesterfolie besitzt neben gutem Antistatikverhalten, gleichzeitig hohe Transparenz und gutes Gleitvermögen. Die verwendete Dispersion ist zusätzlich stabil.

Das Verfahren ist im wesentlichen dadurch gekennzeichnet, daß das Beschichtungsmittel nach dem ersten Stellschritt aufgebracht wird.

EP 0 013 556 A1

AMERICAN RÖCHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

Hoe 79/K 059

- 1 -

19. Dez.1979
WLJ-Dr.Kn-df

Antistatisch beschichtete, biaxial gestreckte Polyesterfolie und Verfahren zur Herstellung derselben

Die Erfindung bezieht sich auf eine verbesserte Polyesterfolie, die ausgezeichnete antistatische Eigen-
5 schaften aufweist sowie auf ein Verfahren zur Herstel-
lung der Folie.

Insbesonders bezieht sich die Erfindung auf eine Polyesterfolie, die sowohl verbesserte antistatische Eigen-
10 schaften als auch verbesserte Gleiteigenschaften und
Transparenz aufweist.

Vorzugsweise bezieht sich die Erfindung auf eine be-
schichtete Polyäthylenterephthalat-Folie.

15 Das Anwachsen des Mikrofilm- und Magnetbandmarktes hat
den Gebrauch von Polyesterfolien als Trägerfolien für
diese Gebiete stark steigen lassen.

Polyesterfolien laden sich jedoch, insbesondere bei
20 niedriger relativer Luftfeuchtigkeit, infolge Reibung
elektrostatisch auf. Durch dieses elektrostatische
Aufladen werden nicht nur Staub und andere Verunreini-
gungen angezogen, sondern auch zusätzlich andere
Polyesterfolien. Durch die elektrostatische Aufladung
25 wird z.B. das Zuordnen, Sortieren und Entwickeln der
Mikrofilm-Karten erschwert, da die Karten aneinander
kleben.

Zur Bewältigung dieses ernsthaften Problems wurden
30 bereits antistatische Polyesterfolien entwickelt.

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 2 -

- Antistatische Polyesterfolien werden gewöhnlich durch Aufbringen einer antistatischen Beschichtung auf die Oberfläche der Polyesterfolie hergestellt. Viele dieser Beschichtungen haben mit Erfolg die elektrostatischen
- 5 Eigenschaften der Polyesterfolien zufriedenstellend gesenkt. Jedoch verursachen viele dieser Beschichtungen das sogenannte Blocken, d.h., daß die mit einer antistatischen Schicht versehene Polyesterfolie einen so großen Reibungskoeffizienten hat, daß jeweils eine
- 10 Schicht der Folie nicht über eine andere Schicht bzw. über Rollen oder ähnliche Vorrichtungen gleitet, über welche sich die Folie während eines Arbeitsvorganges bewegt.
- 15 Ein anderes Problem, das sich aus der Beschichtung der Oberfläche einer Polyesterfolie mit einer antistatischen Schicht ergibt, besteht in dem daraus resultierenden Mangel an Transparenz. Transparenz spielt in der Mikrofilmwendung jedoch eine wesentliche Rolle.
- 20 Mikrofilme müssen gut lesbar sein. Hierbei wird Licht durch die Folie hindurchprojiziert, so daß der Leser die auf der Folie aufgedruckte Information lesen kann. Eine geringe Transparenz der Folie führt zu Verschwommenheit und Leseschwierigkeiten, weil das Licht an Intensität verliert.
- 25 Diese Erörterung zeigt, wie wichtig es ist, daß die Polyesterfolie sowohl gute antistatische Eigenschaften als auch gute Gleitfähigkeit, d.h. gute Verarbeitungsfähigkeit und Transparenz haben muß. Deshalb ist es
- 30

AMERICAN HOUCHIST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 3 -

ausschlaggebend, daß die antistatische Beschichtung alle drei Eigenschaften aufweist.

- Obwohl der Stand der Technik auch Verfahren umfaßt, die sich auf die antistatische Beschichtung von Polyesterfolien beziehen, so werden jedoch keine Folien erzielt, die eine Kombination guter Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften aufweisen.
- Die U.S.-Patentschrift No. 4,089,997 bezieht sich auf den Einsatz eines Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrats. In der Beschreibung werden jedoch noch weitere Bestandteile aufgeführt, die anders sind als diejenigen, welche gemäß dieser Erfindung verwendet werden und die nicht die hervorragende Kombination von Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften aufweisen.
- Nicht nur die Bestandteile der antistatischen Beschichtung sind für Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften der Folie von großer Bedeutung. Auch die Konzentration dieser Bestandteile spielt eine wesentliche Rolle.
- So beschreibt z.B. die U.S.-Patentschrift No. 3,264,136 eine Beschichtung, die 0,2 Vol-Prozent an Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat in Kombination mit Polymethyl-Methacrylat aufweist. Diese Kombination erbrachte allerdings nicht die Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften, die bei Mikro-

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 4 -

filmen und Magnetbändern auf der Basis von Polyesterfolien erforderlich sind.

- ()
5 Eine zusätzliche Bedingung bei der Herstellung von
antistatischen Folien, die nicht auf die Folieneigenschaften
bezogen ist, liegt in dem Beschichtungsmittel
selbst. Es genügt nicht, daß eine Latexbeschichtung nur
die erwähnten wichtigen Eigenschaften aufweist. Die
Latexbeschichtung muß auch beständig sein, d.h., daß
10 sich das Beschichtungsmittel bei Nichtgebrauch während
mindestens einer Woche nicht in ein Zwei-Phasen-System
auftrennt. Diese Eigenschaft, nämlich eine ausreichende
Verarbeitungsdauer, ist für die wirtschaftliche Aus-
nutzung eines Beschichtungsverfahrens unumgänglich.
15 Eine antistatische Beschichtung, die zwar ausgezeichnete
Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften bietet, jedoch nicht lange genug als Emulsion
vorliegt, um eine angemessene Folienlänge beschichten
zu können, ist wertlos.
20 Es stellte sich somit die Aufgabe, eine beschichtete
Polyesterfolie zu entwickeln, die gute antistatische
Eigenschaften, kleinen Reibungskoeffizienten, d.h.
guten Schlupf und hohe Transparenz aufweist und wobei
25 gleichzeitig das Beschichtungsmittel eine ausgezeichnete
Verarbeitungsdauer besitzt.

Gelöst wird die vorstehend genannte Aufgabe durch eine
Folie, wie sie in den Ansprüchen definiert wird.
30

AMERICAN POLYESTER CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876, USA

- 5 -

Die erfindungsgemäße Polyesterfolie, die zweiachsig orientiert ist, wird auf einer Seite mit einer Latexbeschichtung versehen.

- 5 Die Beschichtung besteht aus Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat in einer Konzentration von 2,75 bis 3,20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Beschichtungsmittels. Zusätzlich enthält die Beschichtung ein vernetztes Methyl-
- 10 Methacrylat/ Äthyl-Acrylat/Methylacrylamid-Terpolymer, das eine Glasübergangstemperatur von 40°C bis 50°C aufweist und in einer Konzentration von 0,75 bis 1,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Beschichtungsmittels, vorhanden ist. Das Gewichtsver-
- 15 hältnis der beiden Bestandteile der Beschichtung, d.h. das Verhältnis des Nitrats zum Terpolymer liegt zwischen 2,75 : 1 und 3,20 : 1.
- 20 Gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung der Folie wird eine einachsig gestreckte Polyesterfolie mit der Latexbeschichtung, wie sie oben definiert ist, beschichtet. Die einachsig gestreckte Polyesterfolie wird auf erhöhte Temperaturen erwärmt, wodurch das Wasser aus der Beschichtung ausgetrieben wird, d.h., es verdampft. Die getrocknete, beschichtete Folie wird dann in einer Richtung, die orthogonal zur ersten Streckrichtung ist, gestreckt, wodurch die antistatische, zweiachsig gestreckte Polyesterfolie entsteht.
- 25 30 Die Polyesterträgerfolie, auf die die antistatische

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 6 -

Schicht aufgebracht wird, kann aus jedem thermoplastischen Folien bildenden Polyester bestehen. Diese Polyester werden durch Kondensation einer Dicarbonsäure oder eines aus einer solchen Säure resultierenden niederen Alkyldiesters mit einem Glykol gewonnen. Als Dicarbonsäuren oder deren niederen Alkyldiestern sind erfindungsgemäß eingeschlossen: Terephthalsäure; Isophthalsäure; Phthalsäure; 2,5-; 2,6- oder 2,7-Naphthalen-Dicarbonsäuren; Bernsteinsäure; Sebazinsäure; Adipinsäure; Azelainsäure; Bibenzoinsäure; Hexahydro-Terephthalsäure sowie Bis-p-Carboxyl-Phenoxy-Äthan.

5 Eine oder mehrere dieser Dicarbonsäuren oder ihrer niederen Alkyldiestern reagieren mit einem oder mehreren Glykolen, z.B. Äthylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, Neopentylglykol oder 1,4-Cyclohexandimethanol. Dadurch, daß ein oder mehrere Diester mit einem oder mehreren Glykolen zur Reaktion gebracht werden können, ist die Polyesterträgerfolie nicht auf Homopolyester begrenzt, sondern umfaßt auch Copolyester.

15 20 Polyäthylenterephthalat ist von den folienbildenden Polyestern derjenige, der in dieser Erfindung bevorzugt wird. Die Polyäthylenterephthalat-Folie wird hergestellt aus einem Polymer, das durch Polymerisation aus Bis-(2-Hydroxyäthyl)-Terephthalat gewonnen wird.

25 30 Bis-(2-Hydroxyäthyl)-Terephthalat selbst wird als Zwischenprodukt durch zwei verschiedene Methoden gewonnen. Eine Methode zur Gewinnung von Bis-(2-Hydroxy-

AMERICAN HODCHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 7 -

äthyl)-Terephthalat besteht in der direkten Veresterung von Terephthalsäure und Äthylglykol, wie in der U.S.-Patentschrift No. 3,050,533 beschrieben ist. Bei dieser Methode wird das als Nebenprodukt anfallende Wasser vom Reaktionsprodukt abdestilliert. Die zweite Methode zur Herstellung von Bis-(2-Hydroxyäthyl)-Terephthalat besteht in der Umesterung eines Dialkylesters einer Terephthalatsäure, vorzugsweise Dimethylterephthalat, mit Äthylglykol. Vorzugsweise werden zwei Mol Äthylglykol mit einem Mol Dialkylterephthalat zur Reaktion gebracht. Noch besser ist jedoch der Einsatz von mehr als zwei Mol Äthylglykol pro Mol Dialkylterephthalat, da unter diesen Bedingungen der Start der Umesterungsreaktion schneller und vollständiger verläuft. Die Umesterungsreaktion wird bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Vorzugsweise liegt die Temperatur etwa zwischen der Siedetemperatur des Reaktionsgemisches und bis zu 250°C. Die Reaktion kann bei atmosphärischem, erhöhtem oder sehr hohem Druck erfolgen. Das Nebenprodukt der Umesterungsreaktion ist ein Alkohol. Wird z.B. Dimethyl-Terephthalat verwendet, so entsteht Methanol. Der Alkohol wird vom Reaktionsprodukt entfernt. Zur Steigerung der Reaktionsgeschwindigkeit können zahlreiche bekannte Katalysatoren bei der Umesterungsreaktion verwendet werden.

Nach seiner Herstellung wird das Bis-(2-Hydroxyäthyl)-Terephthalat in Polyäthylen-Terephthalat umgewandelt und zwar durch Erhitzung auf eine Temperatur, die über dem Siedepunkt des Äthylglykols oder des Reaktions-

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876/USA

- 8 -

- gemisches liegt, unter Bedingungen, die die Entfernung des Glykols oder des Wassers bewirken. Die Erhitzung kann nach Wunsch bis zu einer Temperatur von 325°C erfolgen. Während der Erhitzung wird der Druck vermindert, damit das überschüssige Glykol oder Wasser schneller abdestilliert. Das fertige Polyäthylenterephthalat hat eine Intrinsic-Viskosität von mehr als 0,3 dl/g, gemessen in Orthochlor-phenol bei 25°C. Vorausweise liegt die Intrinsic-Viskosität des Polymers etwa zwischen 0,4 und 1,0 dl/g. Noch besser ist es allerdings, wenn das Polyäthylenterephthalat eine Intrinsic-Viskosität von etwa 0,5 bis etwa 0,7 dl/g aufweist.
- 15 In einer bevorzugten Ausbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das die Polyesterfolie bildende Polymer geschmolzen und dann auf eine polierte, rotierende Gießstrommel extrudiert, wodurch eine Vorfolie gebildet wird. Anschließend wird die Folie zweiachsig gestreckt, d.h. sie wird in Längs- und in Querrichtung gestreckt. Der erste Streckvorgang der Vorfolie kann wahlweise in einer der orthogonalen Richtungen erfolgen. Der Streckgrad, der der Folie Festigkeit und Zähigkeit verleiht, kann in beiden Richtungen 3,0 bis 25 5,0 mal größer sein als die Abmaße der Vorfolie. Vorausweise liegt der Streckgrad bei 3,2:1 bis 4,2:1. Die Streckung wird bei Temperaturen durchgeführt, die zwischen dem Umwandlungspunkt zweiter Ordnung und unterhalb des Schmelzpunktes liegt.

AMERICA: HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 9 -

Gegebenenfalls wird die Folie nach der Streckung so-lange thermobehandelt, bis sie kristallisiert.

- (5 In der bevorzugten Ausbildung, in der Polyäthylen-terephthalat verwendet wird, wird der Folie durch die Kristallisierung stabilisiert. Wird ein Polyäthylen-terephthalatfilm thermobehandelt, so wird er einer Temperatur ausgesetzt, die zwischen 190°C und 240°C, vor-zugsweise zwischen 215°C und 235°C, liegt.
- 10 (15 Die Latexbeschichtung, die der Folie antistatische Eigenschaften, gutes Verarbeitungsverhalten und hohe Transparenz verleiht, wird bevorzugt erst dann auf-gebracht, nachdem die Folie einachsig gestreckt wird. Bevorzugt wird die Polyesterfolie vor der Beschichtung erst in der Längsrichtung gestreckt. In dieser bevor-zugten Ausführungsform wird die Folie nach der Längs-streckung durch eine der auf diesem Gebiet bekannten Techniken beschichtet.
- 20 ○ (25 So kann die Beschichtung z.B. mittels Walzen-, Sprüh-, Schlitz- und Immersionsvorrichtungen erfolgen. Bevor-zugt wird die Polyesterfolie mit dem Latexüberzug durch Walzenantrag beschichtet.
- 30 Vorzugsweise wird die einachsig gestreckte Folie vor der Beschichtung mittels Coronaentladung vorbehandelt. Das heißt, die Folie wird vor der Beschichtung einer Coronaentladung in einer Coronaentladungsvorrichtung ausgesetzt. Die Coronabehandlung setzt den hydrophoben

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 10 -

Charakter der Polyesterfolienoberfläche herab. Dadurch kann die wässrige Latexbeschichtung die Oberfläche besser benetzen, wodurch die Adhäsion zwischen Beschichtung und Oberfläche verbessert wird.

5

Die auf die Polyesterfolie aufgebrachte Latexbeschichtung ist eine Dispersion von 2,75 bis 3,20 Gewichtsprozent Stearamido-Propyl-Dimethyl-β-Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat, bezogen auf das Gesamtgewicht der Beschichtung. Bevorzugt liegt die Konzentration dieser Ammonium-Nitrat-Verbindung etwa zwischen 2,9 und 3,1 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht. In einer noch bevorzugteren Ausbildung beträgt die Konzentration der Ammonium-Nitrat-Verbindung etwa 3,0 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht.

Das Beschichtungsmittel enthält weiterhin ein vernetzbares Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methacrylamid-Terpolymer in einer Konzentration von 0,75 bis 1,25 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Latexbeschichtung. Das Terpolymer ist weiterhin durch eine Glasübergangstemperatur von 40°C bis 50°C gekennzeichnet. Bevorzugt wird das Terpolymer in einer Konzentration von 0,9 bis 1,1 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, eingesetzt. In einer noch weiter bevorzugten Ausführung ist das Terpolymer in einer Konzentration von 1,0 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht, vorhanden. Die Glasübergangstemperatur des Terpolymers liegt in einer bevorzugteren Ausbildung etwa zwischen 43°C und 47°C; noch bevorzugter besitzt

AMERICAN HODCHIST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 11 -

es eine Glasübergangstemperatur von etwa 45°C.

- Die zwei Bestandteile der Latexbeschichtung, das Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat und das Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methacrylamid-Terpolymer, stehen in einem Gewichtsverhältnis von 2,75:1 bis 3,20:1 zueinander. In einer bevorzugteren Ausbildung beträgt das Gewichtsverhältnis des Nitrats zum Terpolymer 2,75:1 bis 3,0:1.
- Nach der Beschichtung und vor der Streckung wird die Folie durch Erwärmung bei einer Temperatur von 90°C bis 110°C getrocknet. Vorzugsweise liegt die Temperatur zwischen 95°C und 105°C.
- In einer bevorzugten Ausbildung beträgt die Dicke der Beschichtung auf der baixial gestreckten Polyesterfolie nach dem Trocknen mindestens 1,36 g (0,003 pounds) pro 92,9 m² (1 000 square feet). Vorzugsweise beträgt das Trockengewicht 1,36 bis 2,97 g pro 92,9 m² (0,003 bis 0,007 lb pro 1 000 square feet) beschichteter Folie.
- In einer anderen bevorzugten Ausführung wird die antistatisch beschichtete Folie auf der anderen Seite mit einer vernetzbaren Acryl-Polymerschicht versehen. Die Acryl-Polymerschicht ist in einer bevorzugten Ausbildung ein vernetzbares Äthyl-Acrylat/Methyl-Methacrylat/Methacryl-Terpolymer. Die Beschichtung wird mit Melamin-Formaldehyd vernetzt. Vorzugsweise wird die Beschichtung in einer Walzenvorrichtung auf die einachsig

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 12 -

- gestreckte Polyesterfolie aufgebracht. Vorzugsweise wird eine Latexbeschichtung aufgetragen, in der die festen Bestandteile 3 bis 4 Gewichtsprozent ausmachen, der Rest von 96 bis 97 Gewichtsprozent besteht aus Wasser. Die Beschichtung auf der zweiten Seite dient als Verankerung für Acryl- und Cellulose-Lackbeschichtungen, wie sie gewöhnlich in der reprographischen Industrie verwendet werden.
- 10 Die nachfolgenden Beispiele werden zur Veranschaulichung der Erfindung aufgeführt. Der Inhalt der Beispiele soll jedoch keineswegs als Einschränkung des Ziels und Zwecks der in diesen Beispielen beschriebenen Erfindung angesehen werden.
- 15
- Beispiel 1
- Ein Polyäthylen-Terephthalat-Polymer wurde geschmolzen und durch eine Schlitzdüse auf eine Gießstrommel extrudiert, die eine Temperatur von etwa 20°C hatte. Die Schmelze kühlte ab und bildete eine Vorfolie. Die Folie wurde längsgestreckt und zwar mit einem Streckverhältnis von 3,6:1 bei einer Temperatur von 80°C.
- 25 Die längsgestreckte Folie wurde in einer Coronaentladungsvorrichtung coronabehandelt und dann mit einer Latexbeschichtung mit Hilfe einer Wendetiefdruckbeschichtungsmaschine beschichtet.
- Die auf die Polyesterfolienoberfläche aufgebrachte
- 30 Latexbeschichtung enthielt 3 Gewichtsprozent

AMERICAN NOECHIST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 13 -

- Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat, bezogen auf das Gesamtgewicht des Beschichtungsmittels und 1 Gewichtsprozent Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methacrylamid-Terpolymer, bezogen auf das Gesamtgewicht. Das Terpolymer ist vernetzbar, weil Hexa-Methoxy-Methyl-Melamin, eine vernetzende Melamin-Formaldehyd-Substanz, vorhanden ist, und ist durch eine Glasübergangstemperatur von 45°C gekennzeichnet. Der verbleibende Bestandteil, Wasser, hat in der Latexbeschichtung einen Gewichtsanteil von 96%.
- Das Beschichtungsmittel wird in einer ersten Stufe durch das Mischen von Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat und Wasser hergestellt. Diese Mischung wird dann mit dem Terpolymer gemischt. Die festen Bestandteile werden durch die üblichen Mischtechniken mit dem Wasser gemischt und bilden eine gleichmäßige Mischung.
- Die mit einer Coronaentladung behandelte, längsstreckte, beschichtete Folie wurde bei einer Temperatur von 100°C getrocknet. Dann wurde die Folie quergestreckt und zwar mit einem Streckverhältnis von 3,6:1. Die zweiachsig gestreckte Folie wurde auf 230°C erwärmt. Das Gewicht der endgültigen antistatischen Beschichtung liegt zwischen 1,36 und 2,97 g pro 92,9 m² (0.003 bis 0.007 lb pro 1.000 square feet). Die Gesamtdicke der Folie beträgt etwa 76,2 μ m (3 mil; 0,003 inch).

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 14 -

Beispiel 2

Mit Ausnahme der Zusammensetzung der Latexbeschichtung wurde ein Vergleichsbeispiel in genau der gleichen Art wie in Beispiel 1 zur Herstellung einer 76,2 μm dicken (3 mil), zweiachsig ausgerichteten Polyäthylenterephthalat (im folgenden PET genannt) beschichteten Folie durchgeführt. In diesem Beispiel bestand die Beschichtung aus 1 Gewichtsprozent Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat (im folgenden Nitrat genannt), bezogen auf das Gesamtgewicht des Beschichtungsmittels (im folgenden Prozent genannt) und außerdem aus 1% vernetzbarem Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methacrylamid-Terpolymer (im folgenden Terpolymer genannt) mit einer Glasübergangstemperatur von 45°C, und aus 97% Wasser.

Beispiel 3

Ein anderes Vergleichsbeispiel wurde auf genau die gleiche Weise wie Beispiel 1 zur Herstellung einer beschichteten Folie durchgeführt, ausgenommen, daß die Latexbeschichtung aus 3% Nitrat, 3% Terpolymer und 94% Wasser bestand.

Proben der PET-beschichteten Folien, die gemäß den Beispielen 1 bis 3 hergestellt worden waren, wurden auf ihre Antistatik-, Reibungskoeffizient-, und Trübungs-eigenschaften geprüft.

Die Antistatikeigenschaft wurde durch eine qualitative

AMERICAN HODCHIST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 15 -

Prüfung gemessen. Diese Prüfung, der sogenannte "Ascheaufnahme-Test", besteht darin, Streifen, welche Standardmaße haben, aus der Folie abzuschneiden, die Folie 6 mal über ein Baumwolltuch zu reiben und die geriebene Seite der Folie 2,54 cm (1 inch) über einen mit Zigarettenasche gefüllten Aschenbecher zu halten.

- 5 Folien mit ausgezeichneten antistatischen Eigenschaften bewegen die Asche nicht.

10

Wird die Asche im Aschenbecher bewegt, jedoch nicht auf die Folienoberfläche angezogen, so wird die Folie als gut eingestuft.

- 15 Eine Folie, die als ausreichend bezeichnet wird, bewirkt, daß die Asche bewegt wird, sich der Folienoberfläche nähert und in einem geringen Maße daran haften bleibt.

- 20 Eine Folie wird als schlecht eingestuft, wenn große Mengen an Asche auf die Folienoberfläche angezogen werden und daran haften bleiben.

- 25 Die Prüfung wird ein zweites Mal auf der gegenüberliegenden Folienseite durchgeführt. Die endgültige Klassifizierung erfolgt durch den schlechteren Wert, wenn die Prüfungsergebnisse verschieden sind.

- 30 Die Prüfung des Reibungskoeffizienten (COF), die der Festlegung der Gleitfähigkeit der Folie dient, wurde

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 16 -

nach der Standardmethode gemäß ASTM D 1894-68 durchgeführt. Alle Folienproben, die gemäß diesem Test unterzogen wurden, wurden gemäß ASTM D 618, Verfahren A, präpariert.

5 Eine gute Gleitfähigkeit (oder Verarbeitungsfähigkeit) besitzen Folien, deren statischer und kinetischer Reibungskoeffizient zwischen 0,3 und 0,5 liegt. Unter 0,2 ist die Gleitfähigkeit zu groß; Folien mit einem solchen Reibungskoeffizienten teleskopieren. Sie lassen sich nur schwer aufwickeln und werden deshalb als nicht zufriedenstellend eingestuft. Über 0,5 ist die Gleitfähigkeit unzulänglich; Folien mit einem höheren Reibungskoeffizienten als 0,5 neigen zum Blocken. In 10 15 diesem Fall gleitet die Folie überhaupt nicht mehr über eine Oberfläche mit der sie in Berührung ist.

Der Trübungstest, die beste Angabe über die Folientransparenz, wird durch die ASTM-Testmethode D 1003-61, 20 Verfahren A, Abschnitt 7, festgelegt.

Eine Trübung für eine 76,2 starke (3 mil), PET-beschichtete Folie, die einen Wert von 1,2% oder noch niedrigere Werte hat, kann als annehmbar bezeichnet 25 werden. Je niedriger der Trübungsprozentsatz ist, umso klarer ist die Folie. Eine Trübung von mehr als 1,2% ist nicht annehmbar.

Zusätzlich wurde zwischen beständiger und nicht beständiger Latexbeschichtung unterschieden. Eine 30 beständige Latexbeschichtung ist eine Beschichtung, die

AMERICAN BULKHOL CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 17 -

während mindestens einer Woche ihren Emulsionszustand wahrt. Eine nicht beständige Latexbeschichtung ist eine Beschichtung, die sich in ein zwei-Phasen-System auftrennt.

5

Leider ergab es sich, daß das in den Beispielen 1 bis 3 verwendete PET-Polymer verunreinigt wurde. Deshalb sind die Angaben über die Trübung für diese Beispiele nicht unbedingt aussagekräftig.

10

Die Prüfungen der Folien gemäß den Beispielen 1 bis 3 sind in Tabelle I zusammengefaßt.

15

20

25

30

AMERICAN HIGHLIGHT CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 18 -

Tabelle I

| Beispiel Nr. | Trübung % | statisch | COF kinetisch | Antistatikver- halten bei | | Latexbe- ständig- keit |
|-----------------|--------------|----------------------|------------------|------------------------------|----------------|------------------------------|
| | | | | Ascheaufnahme | 50% RH | |
| 1 | 2,5 | C/C 0,21 C/U 0,23 | 0,23 0,27 | gut | ausgez. (40%) | be- stän- dig |
| 2 | 2,5 | C/C 0,33 C/U 0,36 | 0,35 0,37 | gut | " (45%) | " |
| 3 | 2,3 | C/C 0,65 C/U 0,87 | 0,43 0,45 | gut | schlecht (42%) | " |

Anmerkung 1: C= antistatisch beschichtete Seite
U= unbeschichtete Seite

Anmerkung 2: Die Nummer in dieser und den weiteren Tabellen bezieht sich auf die Folie, wie sie gemäß der Beispielnummer in dieser Beschreibung hergestellt wurde.

Anmerkung 3: Der in Klammern angegebene Prozentsatz gibt die relative Luftfeuchtigkeit in Prozent an, bei welcher der Ascheaufnahmetest durchgeführt wurde.

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 19 -

Die oben angeführten Resultate zeigen, daß Beispiel 1, d.h., die gemäß dieser Erfindung hergestellte Folie, ausgezeichnete antistatische Eigenschaften, selbst bei 40% relativer Luftfeuchtigkeit, noch annehmbare Gleitfähigkeit und gute Latexbeständigkeit aufwies.

Die nach Beispiel 3 hergestellte Folie, in der das Nitrat zu 1% und das Terpolymer zu 3% im Beschichtungsmittel vorhanden war, hatte unzureichende antistatische Eigenschaften. Deshalb ist in diesem Zusammenhang festzustellen, daß, obwohl der Ascheaufnahmetest bei 50 % relativer Luftfeuchtigkeit noch gut war, der gleiche Test bei einer geringeren relativen Luftfeuchtigkeit, nämlich bei 42%, die Unzureichtheit dieser Beschichtung zeigt.

Die nach Beispiel 2 hergestellte Folie hatte nur bis 45% relativer Luftfeuchtigkeit gute antistatische Eigenschaften.

Je niedriger die relative Luftfeuchtigkeit ist, umso ausgeprägter ist die Neigung der Polyesterfolie sich statisch aufzuladen und umso strenger muß die Überprüfung der Wirksamkeit der antistatischen Beschichtung durchgeführt werden. Jede Messung der relativen Luftfeuchtigkeit wurde bei Temperaturen von etwa 22°C bis 23°C (72°F bis 74°F) durchgeführt.

Beispiel 5
Beispiel 1 wurde wiederholt, ausgenommen daß die Seite

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 20 -

gegenüber der antistatisch beschichteten Folienseite mit einer Latexbeschichtung versehen wurde, die aus 3% Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methacrylamid-Terpolymer, welches mit Hexa-Methoxy-Methyl-Melamin vernetzt wurde, 5 und aus 97% Wasser bestand. Die Beschichtung wurde durch eine Wendetiefdruckwalze auf die längsgestreckte PET-beschichtete Folie aufgebracht und zur gleichen Zeit und auf gleiche Weise wie die antistatische Beschichtung auf der anderen Seite getrocknet. Das sich daraus ergebende Produkt war eine zweiachsig gestreckte 10 76,2 μm (3 mil) dicke, PET-beschichtete Folie, die auf einer Seite mit der in Beispiel 1 beschriebenen antistatischen Beschichtung und auf der anderen Seite mit der oben beschriebenen vernetzten Acrylbeschichtung 15 beschichtet war. Das Trockengewicht der vernetzten Acrylbeschichtung lag zwischen 1,36 und 2,97 g (0,003 und 0,007 lb) pro $92,9 \text{ m}^2$ (1 000 square feet).

20 Beispiele 6 bis 7

Zwei Vergleichsbespiele wurden in gleicher Weise wie Beispiel 5 durchgeführt, ausgenommen daß der antistatische Überzug aus verschiedene Latexbeschichtungen erfolgte. In Beispiel 6 bestand die Latexbeschichtung 25 aus 2% Nitrat, 1% Terpolymer und 97% Wasser. In Beispiel 7 bestand die Latexbeschichtung aus 3% Nitrat, 2% Terpolymer und 95% Wasser. Man erhielt beschichtete, zweiachsig gestreckte Folien, die sich von der Folie gemäß Beispiel 5 nur durch die unterschiedlichen Konzentrationen der Bestandteile der antistatischen Beschichtung unterschieden.

AMERICAN MERCHANT CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 21 -

Beispiel 8

Die Folien, die gemäß dem Beispiel 5 bis 7 hergestellt worden waren, wurden auf ihre Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften durch die gleichen Prüfungsverfahren wie bereits beschrieben geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle II zusammengefaßt:

10

15

20

25

30

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876,USA

- 22 -

Tabelle II

| Beispiel Nr. | Trübung % | COF | statisch | kinetisch | Ascheaufnahme | | Latexbe- ständig- keit |
|-----------------|-------------------|----------------|----------|------------------|---------------|-------|------------------------------|
| | | | | | bei 50% | 41%RH | |
| 5 | 1,2 | A/A | 0,43 | 0,44 | gut | gut | gut |
| | | B/B | 0,23 | 0,25 | | | |
| | | A/B | 0,29 | 0,32 | | | |
| 6 | nicht gemessen | nicht gemessen | | ausrei- chend | schlecht | gut | schlecht |
| | | | | | | | |
| 7 | 1,2 | A/A | 0,48 | 0,48 | gut | gut | schlecht |
| | | B/B | 0,23 | 0,27 | | | |
| | | A/B | 0,31 | 0,35 | | | |

Anmerkung: A = acrylbeschichtete Seite

B = antistatisch beschichtete Seite

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 23 -

Es ist festzustellen, daß die gemäß dieser Erfindung hergestellte Folie in allen Hinsichten annehmbar war.
Die in Beispiel 6 hergestellte Folie, die einen Nitrat-
spiegel aufwies, der über den Rahmen dieser Erfindung
5 hinausging, hatte unannehbare Antistatikeigenschaften
und wurde deshalb nicht auf ihre Transparenz und Gleit-
fähigkeit untersucht. Die gemäß Beispiel 7 hergestellte
Folie war zwar durchaus annehmbar, jedoch besaß die
Latexbeschichtung keine Beständigkeit während einer
10 Woche.

Beispiel 9

Eine 76,2 μm (3 mil) dicke, zweiachsig gestreckte PET-
beschichtete Folie wurde genau gemäß dem Verfahren und
15 den Beschichtungen, die in Beispiel 5 verwendet wurden,
hergestellt, d.h. die antistatische Latexbeschichtung
bestand aus 3% Nitrat, 1% Terpolymer und 96% Wasser.

Beispiele 10 bis 11

20 Zwei zusätzliche Vergleichsbeispiele wurden mit Aus-
nahme der Zusammensetzung der antistatischen Latex-
beschichtung genauso wie das in Beispiel 9 verwendete
Verfahren ausgeführt. Die Folie, die gemäß Beispiel 10
hergestellt wurde, enthielt 3% Nitrat und 2% Terpolymer
25 (wie in Beispiel 7). Die Folie, die gemäß Beispiel 11
hergestellt wurde, enthielt 4% Nitrat und 1% Ter-
polymer.

Beispiel 12

30 Die gemäß den Beispielen 9 bis 11 hergestellten Folien

AMERICAN MULCHET CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876/USA

- 24 -

wurden gemäß den bereits beschriebenen Verfahren geprüft.

Zusätzlich wurde eine noch stärker quantitativ ausgerichtete Prüfung zur Festlegung der Antistatikeigenschaft der Folie durchgeführt. Diese Prüfung bestand in der Messung des spezifischen Oberflächenwiderstandes der Folie. Das zur Messung dieses Wertes verwendete Verfahren ist im ASTM-Test D 257-66 beschrieben.

10 Ein spezifischer Oberflächenwiderstand von $10^{10} \Omega$ oder weniger stellt eine Folie mit guten antistatischen Eigenschaften dar. Ein spezifischer Oberflächenwiderstand der größer als $10^{11} \Omega$ ist, wird als unzureichend eingestuft.

15 Die Ergebnisse dieser Prüfung werden in der nachfolgenden Tabelle III aufgeführt:

20

25

30

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 25 -

30 25 20 15 10 5

Tabelle III

| Bei- spiel Nr. | Trübung % | COF statisch | COF kinetisch | Ascheauf- nahme 36,5%RH | Spez. Ober- flächen- widerstand Q 50%RH | Latex- bestän- digkeit |
|----------------------|--------------|-----------------|------------------|-------------------------------|---|------------------------------|
| 9 | 0,94 | A/A 0,45 | 0,48 | ausgez. | ausgez. | nicht ge- prüft |
| | | B/B 0,36 | 0,40 | | | |
| | | A/B 0,31 | 0,42 | | | |
| 10 | 1,04 | A/A 0,47 | 0,47 | schlecht | ausgez. | nicht ge- prüft |
| | | B/B 0,29 | 0,31 | | | |
| | | A/B 0,33 | 0,33 | | | |
| 11 | 1,10 | A/A 0,48 | 0,48 | ausgez. | 1,2x10 ¹¹ | gut |
| | | B/B Block. | Block. | | | |
| | | A/B 0,38 | 0,71 | | | |
| | | | | | 4,2x10 ¹⁰ | gut |

Anmerkung 1: A = acrylbeschichtete Seite
B = antistatisch beschichtete Seite

Anmerkung 2: Die in Beispiel 9 verwendete Latexbeschichtung ging verloren und konnte deshalb nicht geprüft werden

Anmerkung 3: Alle Ascheaufnahmetests wurden bei 23°C (74°F) durchgeführt

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 26 -

zu Tabelle III

○ 5 Anmerkung 4: Der spezifische Oberflächenwiderstand wur-
de in einem Raum bei 25°C (78°F) und einer
relativen Luftfeuchtigkeit von 32 bis 36%
gemessen

10 Anmerkung 5: Der ermittelte spezifische Oberflächen-
widerstand ist der Durchschnittswert
zweier Mesungen der antistatisch beschich-
teten Seite

15

20

25

30

AMERICAN HOHNER CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 28 -

die gleiche Komponente wie diejenige, die in dieser Erfindung verwendet wird und die in den Beispielen als "Nitrat" bezeichnet wird. Eine Volumenkonzentration von 0,2% entspricht in etwa einer Gewichtskonzentration, die zwischen 0,2 und 0,3% liegt, da das spezifische Gewicht des Nitrats fast 1 ist.

5 Zur Festlegung der Wirksamkeit der oben beschriebenen
Beschichtungszusammensetzung wurde Beispiel 13 gemäß
10 dem Verfahren, das in Beispiel 1 beschrieben wurde
durchgeführt.

15 Gleichzeitig wurde eine andere Latexbeschichtung, die aus 0,5 Gewichtsprozent Polymethyl-Methacrylat, bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung, und 0,5% Nitrat besteht, zur Herstellung einer zweiachsig gestreckten 76,2_{um} (3 mil) dicken, PET-beschichteten Folie verwendet. Beispiel 14 unterscheidet sich von
20 Beispiel 13 nur dadurch, daß eine andere Beschichtung gewählt wurde.

25 Eine dritte Beschichtungszusammensetzung wurde zur Herstellung einer weiteren PET-beschichteten Folie verwendet. Eine Folie wurde gemäß Beispiel 15 nach dem gleichen Verfahren wie in den Beispielen 13 und 14 hergestellt, ausgenommen, daß die Latexbeschichtung aus 1% Polymethyl-Methacrylat, 3% Nitrat und 96% Wasser bestand.

30 Die Folien, die gemäß den Beispielen 13 bis 15 herge-

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 27 -

Die oben angeführten Resultate bestätigen die ausgezeichneten Ergebnisse, für die gemäß Beispiel 9 erfundungsgemäß hergestellte Folie.

5 Die gemäß dem Beispiel 10 hergestellte Vergleichsfolie wies unannehbare antistatische Charakteristika auf.

Die Ascheaufnahme bei 36,5% relativer Luftfeuchtigkeit war jedoch auf der acrylbeschichteten Seite unannehmbar. Es ist festzustellen, daß die Angabe über den spezifischen Oberflächenwiderstand die Schlußfolgerung bestätigt, die sich aus dem Ascheaufnahmetest ergab. Es ist festzustellen, daß der Ascheaufnahmetest bei 36,5% relativer Luftfeuchtigkeit auf der antistatisch beschichteten Seite als gut eingestuft wurde. Wie oben erwähnt wurde, ist die ermittelte Klassifizierung der untere der beiden Werte für die Messungen der zwei Seiten der Folie.

20 Die gemäß Beispiel 11 hergestellte Folie war unannehmbar aufgrund ihrer ungenügenden Gleiteigenschaften.

Beispiele 13 bis 15

Es wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, um die Wirksamkeit einer Beschichtung festzulegen, die derjenigen Beschichtung ähnelt, die in der U.S.-Patentschrift 3,264,136 beschrieben ist. In dieser Patentschrift wird eine PET-beschichtete Folie als Beispiel angeführt, welche mit einer Beschichtungsdispersion beschichtet ist, die aus 0,14 Gewichtsprozent Polymethyl-Methacrylat und 0,2 Völ-Prozent Stearamido-Propyl-Dimethyl-β-Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat besteht, d.h.,

BAD ORIGINAL

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

stellt wurden, wurden sowohl auf ihre Antistatik-,
Gleit- und Trübungseigenschaften als auch auf Bestän-
digkeit des Beschichtungsmittels geprüft. Die Ergeb-
nisse dieser Prüfungsverfahren sind in Tabelle IV
zusammengefaßt:

10

15

20

25

30

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876/USA

- 30 -

30 25 20 15 10 5

Tabelle IV

| Beispiel Nr. | Trübung % | COF statisch | kinetisch | Ascheaufnahme bei 40%RH, 25-26°C (78-79°C) | Latex- beständig- keit | |
|-----------------|--------------|-----------------|----------------|---|------------------------------|-----------|
| | | | | | (78-79°C) | (78-79°C) |
| 13 | 0,94 | C/C C/U | 0,73 block. | 0,58 | gut | gut |
| 14 | 0,74 | C/C C/U | 0,37 0,34 | 0,40 0,39 | schlecht | schlecht |
| 15 | 1,62 | C/C C/U | 0,28 0,24 | 0,82 0,45 | gut | schlecht |

Anmerkung: C= antistatisch beschichtete Seite

U= unbeschichtete Seite

MONSANTO COMPANY,
Somerville, N.J.08876/USA

Wie die Ergebnisse der Tabelle zeigen, wies die Folie
in Beispiel 13 schlechte Gleiteigenschaften auf. In
allen anderen Hinsichten waren die Folie und die Be-
ständigkeit des Beschichtungsmittels annehmbar.

Beispiel 14 zeigt die Unannehmbarkeit einer Latex-
beschichtung mit einem Nitratgewichtsanteil von nur
0,5%, selbst wenn Polymethyl-Methacrylat als zweite
Komponente verwendet wird. Wie der Ascheaufnahmetest
zeigt, sind die antistatischen Eigenschaften dieser
Beschichtung, selbst bei Verwendung einer höheren
Nitratkonzentration als in der U.S.-Patentschrift
3,264,136 vorgeschlagen wird, unannehmbar. Und dies
obwohl die Konzentration des Polymethyl-Methacrylates
ebenso ähnlich erhöht wurde, wie sie gemäß der vorlie-
genden Erfindung für das Terpolymere verwendet wird.

Beispiel 15 zeigt, daß die Verwendung von Polymethyl-
Methacrylat anstatt des Terpolymers nicht ausreichend
ist. Die Transparenz und die Gleiteigenschaft dieser
Folie ist unannehmbar.

Es muß auch betont werden, daß die Latexbeschichtung,
in der Polymethyl-Methacrylat verwendet wird, wegen der
Unbeständigkeit des Beschichtungsmittels unannehmbar
ist. Die Latexbeschichtungen aus Beispiel 14 (0,5%
Polymethyl-Methacrylat) und aus Beispiel 15 (1,0% Poly-
methyl-Methacrylat) zeigten beide innerhalb einer Woche
Phasentrennung.

AMERICAN HOCHEST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876,USA

- 32 -

Beispiele 17 bis 22

- Es wurden sechs Versuche durchgeführt, um den Einfluß des Gewichtsverhältnisses des Nitrats im Vergleich zum Terpolymer zu bestimmen. Es wurden entsprechend zweiachsig gestreckte PET-beschichtete Folien gemäß dem in Beispiel 1 angeführten Verfahren hergestellt, wobei jedoch die Zusammensetzung der antistatischen Latexbeschichtung differierte. In jedem der sechs Beispiele enthielt das Beschichtungsmittel 1 Gewichtsprozent Terpolymer, jedoch verschiedene Nitratkonzentrationen. Die Latexbeschichtung in Beispiel 17 enthielt 2 Gewichtsprozent Nitrat; in jedem weiteren Beispiel wurde die Nitratkonzentration um 0,25% erhöht, so daß die Beschichtung in Beispiel 22 3,25% Nitrat enthielt. Somit änderte sich das Verhältnis von Nitrat zu Terpolymer von 2,00 in Beispiel 17 auf 3,25% in Beispiel 22. Hierbei ist festzuhalten, daß die der beschichteten Seite entgegenliegende Seite unbeschichtet blieb.
- Die gemäß den Beispielen 17 bis 22 hergestellten Proben wurden geprüft, um die Antistatik-, Gleit- und Transparenzeigenschaften der einseitig beschichteten, 76,2 µm (3 mil) dicken, zweiachsig gestreckten PET-Folie festzustellen. Die Trübungswerte aller Folien waren in allen Fällen annehmbar.
- Der Ascheaufnahmetest aller Proben wurde bei 37% relativer Luftfeuchtigkeit und bei 25°C bis 26°C (78 bis 79°F) durchgeführt und als gut bewertet. Außerdem war die Latexbeständigkeit für alle Beschichtungsproben,

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 33 -

die in diesem Prüfungsverfahren verwendet wurden,
zufriedenstellend. Die restlichen Ergebnisse, die in
einer Wiederholung des Ascheaufnahmetests bei gerin-
gerer Luftfeuchtigkeit bestanden, sind in der nach-
stehenden Tabelle V aufgeführt:

10

15

20

25

30

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 34 -

Tabelle V

| Beispiel Nr. | Nitrat/Terpolymer | Verhältnis Ascheauf- nahme | bei 8RH | COF |
|-----------------|-------------------|----------------------------------|---------|--------------------|
| | | | | statisch kinetisch |

| | | | | |
|----|------|-----------------|---------------------------------------|----------------------|
| 17 | 2,00 | schlecht | 31,5 C/C 0,30 C/U 0,33 | 0,26 0,42 |
| 18 | 2,25 | schlecht | 31,5 C/C 0,25 C/U 0,33 | 0,27 0,44 |
| 19 | 2,50 | gut schlecht | 31,5 31,0 C/C 0,27 C/U 0,35 | 0,32 0,44 |
| 20 | 2,75 | gut gut | 31,5 31,0 C/C 0,31 C/U 0,33 | 0,37 1,24 |
| 21 | 3,00 | gut gut | 31,5 31,0 C/C 0,37 C/U 0,30 | 0,48 0,80 |
| 22 | 3,25 | gut gut | 31,5 31,0 C/C block. C/U " " | C/C block. block. |

Anmerkung 1: Ascheaufnahme: i 24°C (76°F)

Anmerkung 2: C = antistatisch; beschichtete Seite
U = unbeschichtete Seite

AEGANIC HOCHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 25 -

Die bei 31,0 bzw. 31,5 relativer Luftfeuchtigkeit durchgeföhrten Messungen beim Ascheaufnahmetest zeigten, daß für die Antistatikeigenschaften der Folie annehmbare Ergebnisse erzielt wurden, wenn das Nitrat-Terpolymer-Gewichtsverhältnis zwischen 2,75 und 3,20 lag. Niedrigere Anteile führten zu unannehbaren Antistatikeigenschaften.

Die Gleiteigenschaften aller Folien, die in den Beispielen 17 bis 22 hergestellt wurden, waren im großen und ganzen, mit Ausnahme von Beispiel 22, annehmbar.

Beispiele 24 bis 29

Die für die Folien der Beispiele 17 bis 22 beschriebene Prüfung wurde gemäß dem vorher beschriebenen Verfahren mit einer leichten Abänderung wiederholt. D.h. die Prüfung der Folien nach den Beispielen 17 bis 22 wurde für den Fall wiederholt, wo die der antistatisch beschichteten Seite gegenüberliegende Seite mit der in Beispiel 5 beschriebenen vernetzten Acrylbeschichtung beschichtet wurde. Die Beschichtungskonzentration der vernetzbaren Acrylbeschichtung betrug jedoch 3,2 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht der Laxexzusammensetzung.

25

Die gemäß den Beispielen 24 bis 29 verwendeten Folien wurden auf die bei den Beispielen 17 bis 22 geprüften Eigenschaften getestet. In allen Beispielen wurden annehmbare Trübungswerte erzielt. Zusätzlich wurde die Laxexbeständigkeit als gut bewertet. Genauso wie in den

0013556

AMER'CAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876/USA

- 36 -

Beispielen 17 bis 22 war der Ascheaufnahmetest bei 37%
relativer Luftfeuchtigkeit und 25°C (78°F) in allen
Fällen annehmbar, ebenso wie bei einer relativen Luft-
feuchtigkeit von 31%.

5 Die Ergebnisse sind in Tabelle VI zusammengefaßt:

10

15

20

25

30

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

- 37 -

Tabelle VI

| Beispiel Nr. | Gewichtsverhältnis Nitrat/Terpolymer | Ascheauf- nahme | COF | | |
|-----------------|---|--------------------|----------|-----------|--|
| | | | statisch | kinetisch | |
| 24 | 2,00 | schlecht | A/A 0,41 | 0,43 | |
| | | | B/B 0,24 | 0,28 | |
| | | | A/B 0,33 | 0,38 | |
| 25 | 2,25 | schlecht | A/A 0,41 | 0,41 | |
| | | | B/B 0,27 | 0,31 | |
| | | | A/B 0,28 | 0,33 | |
| 26 | 2,50 | schlecht | A/A 0,45 | 0,47 | |
| | | | B/B 0,29 | 0,33 | |
| | | | A/B 0,28 | 0,46 | |
| 27 | 2,75 | gut | A/A 0,43 | 0,44 | |
| | | | B/B 0,30 | 0,38 | |
| | | | A/B 0,30 | 0,40 | |
| 28 | 3,00 | gut | A/A 0,43 | 0,48 | |
| | | | B/B 0,41 | 0,46 | |
| | | | A/B 0,26 | 0,64 | |
| 29 | 3,25 | gut | A/A 0,44 | 0,48 | |
| | | | B/B 0,68 | 0,78 | |
| | | | A/B 0,32 | 0,86 | |

Anmerkung 1: Die Ascheaufnahme wurde bei 31% relativer Luftfeuchtigkeit und bei 24°C (76°F) durchgeführt

Anmerkung 2: In allen Fällen betrug die Terpolymerkonzentration in dem Beschichtungsmittel, bezogen auf das Gesamtgewicht, 1 Gewichtsprozent

Anmerkung 3: A= acrylbeschichtete Seite

Anmerkung 4: B= antistatisch beschichtete Seite

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876 /USA

- 38 -

- Die oben angeführten Ergebnisse stimmen insoweit mit den Ergebnissen aus den Beispielen 17 bis 22 überein, soweit die antistatischen Charakteristika (Ascheaufnahme) betroffen sind. Die Gleiteigenschaften aller
5 Proben, mit Ausnahme der aus Beispiel 29, waren annehmbar.
- Die angeführten Ausführungen und Beispiele erläutern
10 den Rahmen dieser Erfindung, ohne daß jedoch eine Einschränkung hierauf bestehen soll.

15

20

25

30

ATTORNEY DOCKET NO. 10013556
Somerville, N.J. 08876 USA

Att. 73/K DFF

Patentansprüche

1. Biaxial gestreckte Polyesterfolie, die einseitig eine antistatische Beschichtung aufweist, die Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat und ein Polymeres enthält, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtung aus einem Beschichtungsmittel aufgebracht wird, das
 - a) 2,75 bis 3,20 Gewichtsprozent Stearamido-Propyl-Dimethyl- β -Hydroxyäthyl-Ammonium-Nitrat und
 - b) 0,75 bis 1,25 Gewichtsprozent vernetzbares Methyl-Methacrylat/Äthyl-Acrylat/Methylacrylamid-Terpolymer mit einer Glasübergangstemperatur von 40 bis 50°C enthält,
- 15 wobei die Verhältnisse von a : b zwischen 2,75 : 1 und 3,20 : 1 liegen.
- 20 2. Folie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtungsstärke mindestens 1,36 g/92,9 m² (0,003 lb/1 000 square feet) beträgt.
- 25 3. Folie nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtungsstärke zwischen 1,36 g und 2,97 g/92,9 m² (0,003 lb und 0,007 lb/1 000 square feet) liegt.
4. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Verhältnisse von a : b zwischen 2,75 : 1 und 3,0 : 1 liegen.

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

Hoe 79/K 059

- 40 -

5. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Polyesterfolie aus Polyäthylen-terephthalat besteht.

5 6. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente a) im Beschichtungsmittel in einer Menge von 2,9 bis 3,1 Gewichtsprozent, vorzugsweise in einer Menge von 3,0 Gewichtsprozent, vorhanden ist.

10 7. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente b) im Beschichtungsmittel in einer Menge von 0,9 bis 1,1 Gewichtsprozent, vorzugsweise in einer Menge von 1,0 Gewichtsprozent, vorhanden ist.

15 8. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Terpolymer b) eine Glasübergangstemperatur von 43 bis 47°C, vorzugsweise von 45°C, aufweist.

20 9. Folie nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie auf der zweiten Seite mit einer Schicht aus der Komponente b) versehen ist, wobei das Beschichtungsmittel 3,0 bis 4,0 Gewichtsprozent der Komponente enthält.

25 10. Verfahren zur Herstellung einer Folie nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die Beschichtung nach dem ersten Strecksschritt vornimmt,

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J. 08876/USA

1979/X 059

nach der Beschichtung die Folie auf eine Temperatur zwischen 90 und 110°C bringt und die Beschichtung trocknet und anschließend die Folie in der orthogonalen Richtung zur ersten Streckrichtung streckt.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Polyäthylenterephthalatfolie beschichtet.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß man die biaxial gestreckte Folie auf 190 bis 240°C erhitzt.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die Beschichtung im Walzenverfahren anbringt.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß man die Beschichtung im Wendetiefdruckverfahren anbringt.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man eine längsgestreckte Folie beschichtet.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß man die Folie auf der zweiten Seite mit einem Beschichtungsmittel beschichtet, das 3,0 bis 4,0 Methyl-Methacrylat/Acrylacetat/Methacrylamid-Terpolymer mit einer Glasübergangstemperatur von 40 bis 50°C enthält.

BAD ORIGINAL

0013556

AMERICAN HOECHST CORPORATION,
Somerville, N.J.08876/USA

Hoe 79/K 059

- 42 -

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß man die einachsig gestreckte Folie vor der Beschichtung einer Coronaentladung unterwirft.

5

18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß man eine längsgestreckte Folie der Coronaentladung unterwirft.

10

15

20

25

30

✓

0013556



Europäisches Patentamt

WIEDERAUFRUFER BEGRIEBENBERICHT

EP 80 10 0020

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.

| Recherchenort | Abschlußdatum der Recherche | Prüfer |
|---------------|-----------------------------|-------------|
| Den Haag | 22-04-1980 | VAN GOETHEM |